

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

Kajihara et al
Filed 9/29/03
Q 77553
10f1

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 0 月 2 日
Date of Application:

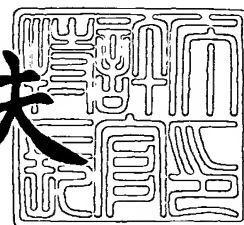
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 8 9 6 2 6
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 8 9 6 2 6]

出 願 人 住友化学工業株式会社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 9 月 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 7 1 5 3 1

【書類名】 特許願

【整理番号】 P154905

【提出日】 平成14年10月 2日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C01F 7/002

【発明者】

 【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
 内

 【氏名】 梶原 和久

【発明者】

 【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
 内

 【氏名】 竹内 美明

【発明者】

 【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
 内

 【氏名】 勝田 敏史

【特許出願人】

 【識別番号】 000002093

 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100093285

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 久保山 隆

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

【識別番号】 100113000

【弁理士】

【氏名又は名称】 中山 亨

【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

【識別番号】 100119471

【弁理士】

【氏名又は名称】 榎本 雅之

【電話番号】 06-6220-3405

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0212949

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 α アルミナ粉末およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

珪素、ジルコニウム、リンおよび硼素から選ばれる第一添加物成分の含有量が、酸化物換算で 0.1～10 重量%であり、チタン、鉄およびクロムから選ばれる第二添加物成分の含有量が、酸化物換算で 0.1～30 重量%であり、平均一次粒子径が 10～100 nm であり、かつ下式(1)

$$I(113) / (I(113) + I(200)) \quad (1)$$

[I(113)はX線回折スペクトルの α アルミナの(113)面のピーク強度を表し、I(200)はX線回折スペクトルの θ アルミナの(200)面のピーク強度を表す。]

で示される α 相の割合が90%以上であることを特徴とする α アルミナ粉末。

【請求項 2】

BET比表面積が $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項 1 記載の α アルミナ粉末。

【請求項 3】

アルミニウム含有物質と、珪素化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物および硼素化合物から選ばれる粒成長抑制剤と、チタン化合物、鉄化合物、クロム化合物、 α アルミナ、窒化アルミニウム、炭化アルミニウムおよびダイアスポアから選ばれる種晶とを含む混合物を水蒸気分圧 600 Pa 以下の雰囲気中で焼成することを特徴とする α アルミナ粉末の製造方法。

【請求項 4】

アルミニウム含有物質が、中間アルミナまたは水酸化アルミニウムである請求項 3 記載の方法。

【請求項 5】

粒成長抑制剤が、酸化珪素、テトラメチルシリケート、テトラエチルシリケート、アミノメチルトリエトキシシラン、ジ(アミノメチル)ジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシランまたは γ -アミノプロピルトリエトキシシランである請求項 3 または 4 記載の方法。

【請求項 6】

粒成長抑制剤の量が、焼成して得られる α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算で 0. 1 ~ 1 0 重量%である請求項 3 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

種晶が、酸化チタン、酸化鉄、酸化クロムまたは α アルミナである請求項 3 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

種晶が、酸化チタンである請求項 3 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

種晶の量が、焼成して得られる α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算で 0. 1 ~ 3 0 重量%である請求項 3 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、 α アルミナ粉末およびその製造方法に関するものであり、詳細には、磁気記録媒体の添加剤として好適に用いられる α アルミナ粉末およびその製造方法に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

従来より、 α アルミナは磁気メディア用添加剤として使用されている。この用途では、通常、磁性粉と α アルミナなどの研磨材を塩化ビニル樹脂やウレタン樹脂などのバインダー成分とともに有機溶媒に分散して塗布液とし、この塗布液を磁気メディアの基材に塗布し、乾燥して磁性層を形成している。近年、磁性層の薄膜化にともなって、微細な α アルミナが要望されるようになった。 α アルミナの微細化方法として、例えば、アルミニウム含有物質を低温で焼成する方法がある。またアルミニウム含有物質を珪素化合物存在下で焼成する方法が知られている（例えば、特許文献 1 参照。）。

【0 0 0 3】

【特許文献 1】

特開平 5 - 3 4 5 6 1 1 号公報

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

従来技術により得られる α アルミナは、有機溶媒中の分散性が十分でなく、磁性層形成に用いる塗料の調製が煩雑になる問題があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、有機溶媒中での分散性のよい微粒の α アルミナ粉末の製法について検討した結果、本発明を完成するに至った。

【0006】

すなわち本発明は、珪素、ジルコニウム、リンおよび硼素から選ばれる第一添加物成分の含有量が、酸化物換算で0.1～10重量%であり、チタン、鉄およびクロムから選ばれる第二添加物成分の含有量が、酸化物換算で0.1～30重量%であり、平均一次粒子径が10～100nmであり、かつ下式(1)

$$I(113) / (I(113) + I(200)) \quad (1)$$

[I(113)はX線回折スペクトルの α アルミナの(113)面のピーク強度を表し、I(200)はX線回折スペクトルの θ アルミナの(200)面のピーク強度を表す。]で示される α 相の割合が90%以上であることを特徴とする α アルミナ粉末を提供するものである。

【0007】

また本発明は、アルミニウム含有物質と、珪素化合物、リン化合物、ジルコニウム化合物および硼素化合物から選ばれる粒成長抑制剤と、チタン化合物、鉄化合物、クロム化合物、 α アルミナ、窒化アルミニウム、炭化アルミニウムおよびダイアスポアから選ばれる種晶とを含む混合物を水蒸気分圧600Pa以下の雰囲気中で焼成することを特徴とする α アルミナ粉末の製造方法を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明の α アルミナ粉末は、組成式 Al_2O_3 で示される化合物であって、結晶相が α 型のものを主成分とし、さらに、珪素、ジルコニウム、リンおよび硼素が

ら選ばれる第一添加物成分、ならびに、チタン、鉄およびクロムから選ばれる第二添加物成分を含有するものである。第一添加物成分は、 α アルミナ粉末製造の際、主に粒成長抑制剤として作用させ、 α アルミナを微粒化させるために添加される。一方、第二添加物成分は、 α アルミナ粉末製造の際、主に種晶として作用させ、中間アルミナから α アルミナへの転移温度を低温化させるために添加される。

【0009】

第一添加物成分としては、珪素、ジルコニウム、リンおよび硼素のうち少なくとも1種を含有すればよく、もちろん、これらの2種以上含有してもよい。第一添加物成分の含有量は、 α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算、すなわち SiO_2 、 ZrO_2 、 P_2O_5 または／および B_2O_3 換算で、0.1重量%以上、好ましくは0.2重量%以上であり、また10重量%以下、好ましくは3重量%以下である。第一添加物成分が複数ある場合は、それらの合計量がこの範囲内にあればよい。これらの第一添加物成分の量があまり少ないと、 α アルミナ粉末の粒子が大きくなったり、 α アルミナ粉末と有機溶媒を混合して得られる塗布液を用いて形成される磁性層の平滑性が低下することがある。一方、その量があまり多くなると、 α アルミナ粉末が有機溶媒中で凝集しやすく、分散性が低下することがある。

【0010】

同様に第二添加物成分としては、チタン、鉄およびクロムのうち少なくとも1種を含有すればよく、もちろん、これらの2種以上を含有してもよい。第二添加物成分の含有量は、 α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算、すなわち TiO_2 、 Fe_2O_3 または／および Cr_2O_3 換算で、0.1重量%以上、好ましくは1重量%以上であり、また30重量%以下、好ましくは20重量%以下である。第二添加物成分が複数ある場合は、それらの合計量がこの範囲内にあればよい。これらの第二添加物成分の量があまり少ないと、 α アルミナへの転移が低温化されず高温での焼成が必要となり、 α アルミナ粒子間の凝結が強くなり、 α アルミナ粉末の有機溶媒中での分散性が低下することがある。なお、 α アルミナ粉末中の珪素、ジルコニウム、硼素、チタン、鉄およびクロムの含有量は、いずれも質量分析

法によって測定することができる。

【0011】

本発明の α アルミナ粉末は、平均一次粒子径が10 nm以上、好ましくは20 nm以上、また100 nm以下、好ましくは50 nm以下のものである。平均一次粒子径が小さい α アルミナ粉末では、有機溶媒中の分散性が低下する。一方、平均一次粒子径が大きい α アルミナ粉末では、これを用いて調製した塗布液により磁性層を形成できたとしても、良好な磁気特性、電磁変換特性を示すものは得られない。

【0012】

本発明の α アルミナ粉末は、 α 相の割合が90%以上、好ましくは95%以上のものである。 α 相の割合が90%未満の α アルミナ粉末は、有機溶媒中で十分な分散性を示さないことがあり、また分散処理後、塗布液が増粘することがある。このときの α 相の割合は、X線回折スペクトルから α アルミナの(113)面のピーク強度 $I_{(113)}$ と θ アルミナ（結晶相が θ の中間アルミナ）の(200)面のピーク強度 $I_{(200)}$ を測定し、前記式(1)により求められるものである。

【0013】

上で示した α アルミナ粉末は、通常、BET比表面積が20 m²/g以上であり、また粒子形状が正8面体のような多面体ではなく、異なる面積をもつ少なくとも3種類、通常5種類以上の平面（概ね30以上）から構成される粒子表面をもつものである。

【0014】

アルミニウム含有物質と粒成長抑制剤と適当な種晶とを含む混合物を、水蒸気分圧600 Pa以下の雰囲気中で焼成することにより、平均一次粒子径が適当な範囲にあり、有機溶媒中での分散性に優れた α アルミナ粉末を製造することができる。この際、種晶として、チタン化合物、鉄化合物または／およびクロム化合物を用いれば、本発明で規定する第一添加物成分および第二添加物成分を含有する α アルミナ粉末が得られる。一方、種晶として特定のアルミニウム化合物、すなわち α アルミナ、窒化アルミニウム、炭化アルミニウムまたはダイアスポアを用いても、同様に有機溶媒中での分散性に優れた α アルミナ粉末が得られる。

【0015】

α アルミナ粉末の製造に用いるアルミニウム含有物質は、例えば、1000℃以上の空气中で焼成することにより α アルミナとなるものであればよく、具体的には、結晶相が γ 、 χ 、 θ 、 δ 、 ρ もしくは κ である中間アルミナ、非晶質中間アルミナ、結晶相がギブサイト、ベーマイト、擬ベーマイト、バイヤライトもしくはノルストランダイトである水酸化アルミニウム、非晶質水酸化アルミニウム、蔞酸アルミニウム、酢酸アルミニウム、ステアリン酸アルミニウム、アンモニウム明礬、乳酸アルミニウム、ラウリン酸アルミニウム、炭酸アンモニウムアルミニウム、硫酸アルミニウム、硫酸アンモニウムアルミニウム、硝酸アルミニウムまたは硝酸アンモニウムアルミニウムなどが挙げられる。これらは、それぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせて用いてもよい。これらの中でも、中間アルミナまたは水酸化アルミニウムの適用が好ましい。

【0016】

粒成長抑制剤は、珪素化合物、ジルコニウム化合物、リン化合物および硼素化合物から選ばれる。珪素化合物として、具体的には例えば、酸化珪素 [SiO_2]、窒化珪素 [Si_3N_4]、炭化珪素 [SiC]、硼化珪素 [SiB_3 、 SiB_6]、ハロゲン化珪素〔四塩化珪素、トリクロロシラン、メチルジクロロシラン〕、液状シリコーン、アルキルシリケート〔テトラメチルシリケート、テトラエチルシリケート〕、アミノシラン〔アミノメチルトリエトキシシラン、ジ(アミノメチル)ジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン〕などが挙げられる。ジルコニウム化合物として、具体的には例えば、酸化ジルコニウム [ZrO_2]、窒化ジルコニウム [ZrN]、炭化ジルコニウム [ZrC]、硼化ジルコニウム [ZrB_2]、ハロゲン化ジルコニウム〔オキシ塩化ジルコニウム、四塩化ジルコニウム〕、硝酸ジルコニウム [$\text{Zr}(\text{NO}_3)_2$]、炭酸ジルコニウム [ZrCO_3]、硫酸ジルコニウム [ZrSO_4]、ジルコニウムアルコキサイド〔ジルコニウムエトキサイド、ジルコニウムブトキサイド、テトライソプロポキサイドジルコニウム〕、ヒドロキシカルボン酸ジルコニウム [$\text{Zr}(\text{OH})_2\text{C}_2\text{O}_4$]、ジクロロビス(ジメチルアミド)ジルコニウム [$\text{ZrCl}_2[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_2$]などが挙げられる。リン

化合物としては、具体的には例えば、酸化磷〔 PO_3 、 P_2O_5 〕、ハロゲン化磷〔 PCl_3 〕、リン酸〔 H_3PO_4 〕、亜磷酸〔 H_2PHO_3 〕、次亜磷酸〔 HPH_2O_2 〕、ポリリン酸〔 $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 、 $\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ 、 $\text{H}_6\text{P}_4\text{O}_{13}$ 〕、メタ磷酸〔 $(\text{HPO}_3)_n$ 〕、磷酸塩〔 $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 、 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 〕、磷酸アルキル〔 $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{O}_4\text{P}$ 、 $\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{O}_4\text{P}$ 〕、ホスフィン〔 $\text{P}(\text{CH}_3)_3$ 、 $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$ 、 $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{PO}$ 〕などが挙げられる。また硼素化合物として、具体的には例えば、酸化硼素〔 B_2O_3 〕、窒化硼素〔 BN 〕、炭化硼素〔 B_4C 〕、ホウ酸〔 HBO_2 、 H_3BO_3 〕、ホウ酸アンモニウム〔 NH_4BO_2 、 $(\text{NH}_4)_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 $\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8$ 〕、ハロゲン化硼素〔 BBr_3 、 BCl_3 〕、トリアルコキシボラン〔トリメトキシボラン〕、アミンボラン類〔 $(\text{CH}_3)_2\text{NHBH}_3$ 〕、アミノボラン類〔 $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$ 〕などが挙げられる。これらも、それぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせて用いてもよい。これらの中でも、酸化珪素、テトラメチルシリケート、テトラエチルシリケート、アミノメチルトリエトキシシラン、ジ（アミノメチル）ジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシランなどが好ましく用いられる。また、固体の粒成長抑制剤を使用するとき、その平均粒子径は $1\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.1\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、珪素化合物を例に挙げれば、コロイダルシリカが好ましく使用される。粒成長抑制剤の使用量は、焼成して得られる α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算で、通常0.1重量%以上、好ましくは0.2重量%以上であり、また通常10重量%以下、好ましくは3重量%以下である。

【0017】

アルミニウム含有物質および粒成長抑制剤と混合される種晶は、前述したとおり、チタン化合物、鉄化合物、クロム化合物およびアルミニウム化合物から選ばれる。チタン化合物として、具体的には例えば、酸化チタン〔 TiO_2 〕、窒化チタン〔 TiN 〕、炭化チタン〔 TiC 〕、硼化チタン〔 TiB_2 〕などが挙げられる。鉄化合物として、具体的には例えば、酸化鉄〔 Fe_3O_4 〕、窒化鉄〔 FeN 、 Fe_3N 、 Fe_4N 、 Fe_{16}N_2 〕、炭化鉄〔 Fe_2C 、 Fe_5C_2 、 Fe_3C 〕、硼化鉄〔 Fe_2B 、 FeB 、 FeB_2 〕などが挙げられる。クロム化合物とし

て、具体的には例えば、酸化クロム〔 Cr_2O_3 〕、窒化クロム〔 Cr_2N 、 CrN 〕、炭化クロム〔 Cr_4C 、 Cr_3C_2 、 Cr_7C_3 〕、硼化クロム〔 Cr_4B 、 Cr_2B 、 Cr_3B_2 、 CrB 、 CrB_2 〕などが挙げられる。またアルミニウム化合物としては、 α アルミナ〔 Al_2O_3 〕、窒化アルミニウム〔 AlN 〕、炭化アルミニウム〔 Al_4C_3 〕またはダイアスポア〔 AlOOH 〕が用いられる。これらの種晶も、それぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせて用いてもよい。これらの中でも、酸化チタン、酸化鉄、酸化クロムまたは α アルミナ、ダイアスポアが好ましく用いられ、とりわけ酸化チタンが好ましい。種晶の使用量は、焼成して得られる α アルミナ粉末を基準に、酸化物換算で、通常0.1重量%以上、好ましくは1重量%以上、また通常30重量%以下、好ましくは20重量%以下である。

【0018】

アルミニウム含有物質と粒成長抑制剤と種晶の混合は、通常、ボールミル、振動ミル、ダイノミル、バーティカルグラニュレータ、ヘンシェルミキサーなどを用いて行うことができる。混合は乾式、湿式いずれの方式で行ってもよい。

【0019】

混合物の焼成は、水蒸気分圧を制御した雰囲気で行われ、通常、水蒸気分圧が600Pa以下（全圧1気圧のときの露点0℃以下に相当する。）である雰囲気で行われる。焼成雰囲気の水蒸気分圧は低い方が好ましく、165Pa以下（全圧1気圧のときの露点-15℃以下に相当する。）、さらには40Pa以下（全圧1気圧のときの露点-30℃以下に相当する。）であることが好ましい。焼成は、雰囲気を水蒸気分圧600Pa以下に調節することができる装置で行えばよく、例えば、管状型電気炉、箱型電気炉、トンネル炉、遠赤外線炉、マイクロ波加熱炉、シャフト炉、反射炉、ロータリー炉、ローラーハース炉のような焼成炉を用いて、炉内からガスを排出したり、またはガスを導入することにより行うことができる。また焼成の際に、水蒸気がほとんど発生しない中間アルミナのようなアルミニウム含有物質を原料とするときには、容器にアルミニウム含有物質を入れ、水蒸気分圧が600Pa以下の乾燥空気を導入し、密閉した後、加熱する方法で行うこともできる。焼成は、水蒸気分圧600Pa以下の雰囲気であれば

、減圧下で行ってもよく、例えば、空気、水素、ヘリウム、窒素、アルゴンのようなガスからなる全圧600Pa以下の減圧雰囲気下で行うこともできる。このときに用いる焼成炉は回分式、連続式いずれの方式であってもよい。

【0020】

焼成は、アルミニウム含有物質を α アルミナに相転移させるのに必要な温度で行えばよく、このときの温度は、通常900℃以上、好ましくは1000℃以上、また1250℃以下、好ましくは1200℃以下である。焼成時間は、用いる焼成炉の種類、焼成温度により異なるが、通常10分以上であり、好ましくは30分以上、また12時間以内である。炉内に導入するガスは、水蒸気分圧を調節したものをを用いることが好ましく、例えば、空気をコンプレッサにより圧縮して、空気に含まれる水分を凝縮させ、この凝縮した水分を分離した後、減圧して得られる乾燥空気、空気から除湿機により水分を除去して得られる乾燥空気、または液体窒素を気化させた乾燥窒素なども好適に用いられる。また水分を含まないものであれば、空気、ヘリウム、窒素などを充填した市販のボンベガスを用いることもできる。

【0021】

焼成して得られる α アルミナ粉末は、通常、そのまま、または粉碎されて使用される。粉碎は、例えば振動ミル、ボールミル、ジェットミルなどで行うことができる。また、 α アルミナ粉末には分級のような粒度調整処理を施してもよい。この分級は、篩やサイクロンなどを使用して行うことができ、乾式、湿式いずれの方式の装置で行ってもよい。

【0022】

このような方法で得られる α アルミナ粉末は、平均一次粒子径が小さいにもかかわらず、有機溶媒中で良好な分散性を示すことから、DVCPRO、HDCAM、 β カム、デジタル β カムなどの放送局用磁気テープや、DDS-2、DDS-3、DDS-4、D8、DLT、S-DLT、LTO、DTF、SD1、IBM3590などと称せられる大容量データストレージ用磁気テープなどの磁気メディア用添加剤として好適に使用されるものである。またこの α アルミナ粉末は、水性溶媒と混合することにより、水スラリーとすることもできる。もちろん、

この α アルミナ粉末は、上記磁気メディア用途以外にも焼結体用途、精密研磨材用途、トナー添加剤、各種樹脂フィラー用途など、通常使用されるアルミナ粉末の用途にも好適に使用することができる。

【 0 0 2 3 】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが本発明はこれら実施例により制限されるものではない。 α アルミナ粉末の平均一次粒子径、 α 相の割合および B E T 比表面積は以下の方法で求めた。

【 0 0 2 4 】

平均一次粒子径 (n m) :

透過電子顕微鏡 (商品名 “H - 7 0 0 0”、日立製作所製) を用いて試料を撮影し、その写真の任意の粒子 2 0 ヶ以上について、個々の粒子の一次粒子径を測定し、測定値の平均値を平均一次粒子径とした。

【 0 0 2 5 】

α 相の割合 (%) :

X 線回折装置 (商品名 “R i n t - 2 1 0 0”、理学電機製) を用いて試料の X 線回折スペクトルを測定し、この回折スペクトルから α アルミナの (1 1 3) 面のピーク強度 $I_{(113)}$ と θ アルミナの (2 0 0) 面のピーク強度 $I_{(200)}$ を求め、前記式(1)により α 相の割合を算出した。

【 0 0 2 6 】

B E T 比表面積 (m^2 / g) :

比表面積測定装置 (商品名 “フローソープ II 2 3 0 0”、島津製作所製) を用いて窒素吸着法により求めた。

【 0 0 2 7 】

実施例 1

[α アルミナ粉末の製造]

スーパーミキサーに、アルミニウムイソプロポキサイドを加水分解して得られた水酸化アルミニウム (結晶相：擬ベーマイト、 Al_2O_3 として 7 8 重量%) 1 1 5 重量部と、酸化チタン (商品名 “T T O 5 5 N”、石原産業製) 1 0 重量部

を水 40 重量部に分散した水スラリーと、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン（商品名“A-1100”、日本ユニカー製）2.2 重量部を水 70 重量部に溶解した水溶液とを順に入れ、600 rpm で 20 分間混合した。この混合物を乾燥した後、内容積 8 L の管状型雰囲気焼成炉（モトヤマ製）に入れた。次に、炉内に露点 -15°C （水蒸気分圧 165 Pa）の空気を 1 L/分 で導入して炉内雰囲気の露点を -15°C に保持しながら、 1080°C まで昇温し、そのまま 3 時間保持して焼成した後、徐冷した。この焼成物を振動ミル（媒体：直径 15 mm のアルミナボール）で粉碎して、 α アルミナ粉末を得た。この α アルミナ粉末は、 SiO_2 含有量が 0.6 重量%、 TiO_2 含有量が 10 重量%、平均一次粒子径が 50 nm、 α 相の割合が 100%、BET 比表面積が $30\text{ m}^2/\text{g}$ であった。

【0028】

〔 α アルミナ粉末の分散性評価〕

上の α アルミナ粉末 30 重量部、塩化ビニル樹脂（商品名“MR110”、日本ゼオン製）2.4 重量部、メチルエチルケトン（和光純薬工業製）40.6 重量部およびシクロヘキサノン（和光純薬工業製）27 重量部を混合した。この混合物をバッチ式サンドグラインダー（型番“4TSG-1/8”、内容積：0.5 L、媒体：直径 2 mm のガラスビーズ、攪拌羽根回転数：2000 rpm、五十嵐機械製造製）により 4 時間分散処理して塗布液を得た。次に、厚さ $14\text{ }\mu\text{m}$ のポリエチレンテレフタレート製フィルムに上の塗布液をドクターブレード（フィルムとブレードの間隙： $45\text{ }\mu\text{m}$ ）で塗布し、乾燥して、長さ 200 mm、幅 60 mm の膜を得た。この膜につき、JIS-Z8741 に準拠した光沢計（商品名“VG-1D”、日本電色工業製）を用いて、膜の長さ方向に対して 45 度鏡面光沢度を測定した。この 45 度鏡面光沢度が大きいものほど、 α アルミナが膜中でより均一に分散していることを表す。この例における 45 度鏡面光沢度は 52% であった。

【0029】

比較例 1

スーパーミキサーに、アルミニウムイソプロポキサイドを加水分解して得られた水酸化アルミニウム（結晶相：擬ペーマイト、 Al_2O_3 として 78 重量%）1

15重量部と、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン（商品名“A-1100”、日本ユニカー製）4.4重量部を水70重量部に溶解した水溶液を順次添加し混合した。混合物を乾燥した後、内容積8Lの管状型雰囲気焼成炉（モトヤマ製）に入れた。次に、炉内に露点+20℃（水蒸気分圧2300Pa）の空気を1L/分で導入して炉内雰囲気の露点を+20℃に保持しながら、1230℃まで昇温し、そのまま3時間保持して焼成した後、徐冷した。この焼成物を振動ミル（媒体：直径15mmのアルミナボール）で粉碎して、 α アルミナ粉末を得た。この α アルミナ粉末は、SiO₂含有量：1.2重量%、平均一次粒子径：50nm、 α 相の割合：100%、BET比表面積：30m²/g、ジルコニウム、硼素、チタン、鉄およびクロムの含有量：いずれも0.01重量%未満であった。この α アルミナ粉末について、実施例1の〔 α アルミナ粉末の分散性評価〕と同じ条件で評価した。この例における45度鏡面光沢度は5%であった。

【0030】

試験例1

実施例1において、焼成温度を変えた以外は同様に操作して、 α アルミナ粉末を得た。これらの α アルミナ粉末のBET比表面積の結果を図1に示す。図1中、斜線部は、得られた α アルミナ粉末の α 相の割合が100%であることを示す。

【0031】

試験例2

試験例1において、炉内に導入する空気の露点+20℃（水蒸気分圧2300Pa）に変えた以外は同様に操作して、 α アルミナ粉末を得た。これらの α アルミナ粉末のBET比表面積の結果を図2に示す。図2中、斜線部は得られた α アルミナ粉末の α 相の割合が100%であることを示す。

【発明の効果】

本発明の α アルミナ粉末は、平均一次粒子径が小さく、かつ有機溶媒中で良好な分散性を示す。また本発明の製造方法によれば、このような α アルミナ粉末を容易に得ることができる。

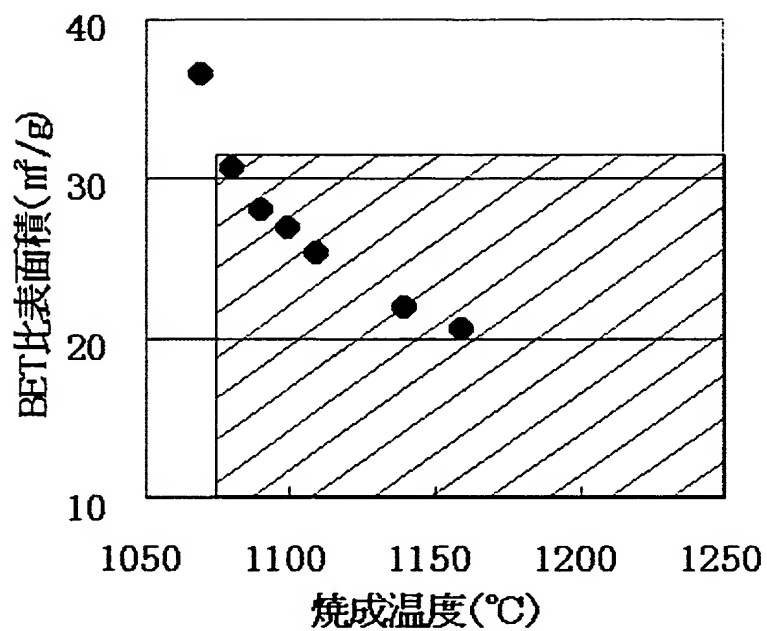
【図面の簡単な説明】

【図 1】 試験例 1 で得られる α アルミナ粉末の B E T 比表面積と焼成温度の相関を示す図。

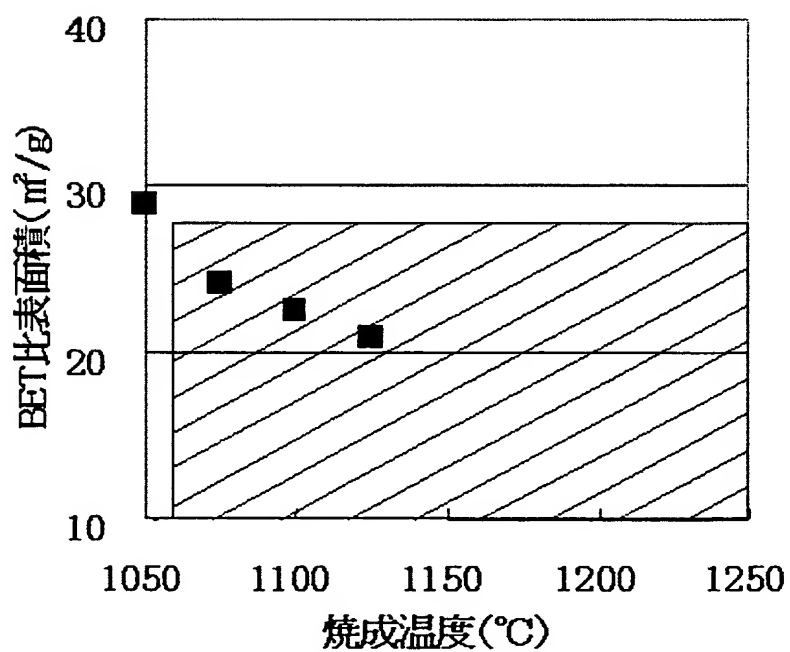
【図 2】 試験例 2 で得られる α アルミナ粉末の B E T 比表面積と焼成温度の相関を示す図。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁気記録媒体の添加剤として好適に用いられる α アルミナ粉末およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 珪素、ジルコニウム、リンおよび硼素から選ばれる第一添加物成分の含有量が、酸化物換算で 0.1～10 重量%であり、チタン、鉄およびクロムから選ばれる第二添加物成分の含有量が、酸化物換算で 0.1～30 重量%であり、平均一次粒子径が 10～100 nm であり、かつ下式(1)

$$I(113) / (I(113) + I(200)) \quad (1)$$

〔I(113)はX線回折スペクトルの α アルミナの(113)面のピーク強度を表し、I(200)はX線回折スペクトルの θ アルミナの(200)面のピーク強度を表す。〕

で示される α 相の割合が 90%以上であることを特徴とする α アルミナ粉末。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 2 8 9 6 2 6

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 9 3]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番 3 3 号

氏 名

住友化学工業株式会社